### 平2-207014 ◎ 公 開 特 許 公 報 (A)

Soint, Cl. 5

識別配身

厅内整理番号

@公開 平成2年(1990)8月16B

A 61 K 7/02 N 7306-4C

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全15頁)

砂発明の名称 化粧用組成物及びその製造方法

> 頭 平1-28456 20特

類 平1(1989)2月6日 日本

本 物発明 番 38 明 者 井 控 份発

奈良県北葛城郡香芝町鎌田429

大阪府柏原市法警寺1丁目11-36

井 83 奢 왒 隆 多発

大阪府大阪市西区千代崎1丁目7-13

重 明 木 勿発 岡村製油株式会社 奈良県橿原市見瀬町2034番地 大阪宏柏原市河原町4番5号

事代治 弁理士 澤 20代 運

1. 范明の名称

る出

鼲

化粧用組織物及びその製造方法

- 2. 特許額状の範囲
- (1)化粧用基材と透明粧酸化鉄果原料からなる化 粧脂組成物において、透明性酸化鉄品原料が超像 粒子マグネタイトであり、且つ旅程位位子マグネ タイトは駐産範囲が50~350人の超微粒子や グネタイトも92.5 煮煮%以上食むことも特別 とする化粧用組成物。
- 12 1数条柱子ャグネグイトに安定用が合省をたて いる胡采填し記載の化粧用組成物。
- (3)可连老斯一数据と可能性格二数据を含む水散 彼に滋菇住水館鉄を加えて酸電領域で平均粒鉄が 300人以下の遺明で特性の水和酸化鉄のゾルも 貫盛する工程(A)、

上記工程(A)で好られな水和酸化鉄のゾルモ業 温以上で西皮交足化する工程(B)、

上記工程(B)で得られた分散級に一次界面特性 削も加えて水和酸化鉄のゲルを産業させる工程(じ

上紀工標(C)で得られた水和酸化鉄のゾルモ県 姿をせた影響に有機分散器を切えて名談グルモ荷 農祭に移行、分飲をせ、これを木洗、凱泓する工 & (D).

上記工程(D)で終られた終線を分級し、その省 機府を採取し、これに水を加えて複数50℃以上 で加劭、提件しつつ塩器性本幣級も如えてpE9以 上にすることにより超微粒子マグネタイトとする 工程(E)。

上型工程(E)で得られた解説を水洗し、水層を 原去板、新た仁水を加える工程(F)、

上左工程(F)で得られた路底に二大界両活性剤 を加えて超微位子マグネクイトを本層に移作、分 飲をせた後、有機分象数を飲まする工物(G)、

上記工程(G)で得られた水晶分散性超微粒子や プネグイトを化粧用芸材に添加して混合する工術 (H).

よりなる化粧局組成物の製造方法。

(4)可能性外一數盤と可能性類二數塩を含む水管

数に基基性水溶液を加えて酸性 領球で平均粒種で300人以下の透明で凝性の水油酸化鉄のソルを関数する工程(A)。

上記工程(A)で得られた水和散化鉄のゲルを室 温以上で煮成安定化する工程(B)、

上記工程(B)で得られた分散級に安定剤を加えた数、一次界面結性剤を収えて水砂酸化鉄のゲルを確認させる工匠(C)、

上記工程(C)で得られた水和酸化鉄のソルを収集させた切取に有限分散棋を加えて島鉄ゾルを有機器に移行、分散させ、これを水池、風観する工徒(D)、

上記工程(D)で移られた部級を分級し、その存 做所を探収し、これに水を除えて温度5 0 ℃以上で解釈、度許しつつ塩が性水溶液を加えてが9 以上にすることにより超微粒子マグキクイトを生成する工程(E)、

上記工程(E)で得られた路敷を水洗し、水量を 除去棟、新たに水を切える工程(F)。

上記工程(F)で移られた財政に二次界面台也所

を加えて組数位子マグキタイトを本沿に移行、分飲させた後、有残分放成を取出する工程(G)、

上記工程(C)で持ちれた水晶分散性組織粒子→ グネティトを化粧用基料に強加して混合する工程 i分。

よりなる化粧用組成物の製造方規。

- 3. 発明の詳細な数明
- (a) 産業上の利用分野

本務的は、本に選めて容易に分数する超数粒子マアキタイトを飼材とした化粧別超成物に関する ものである。

#### (b) 在业内技能

従来、馬色顕緑として競争くのものが知られているが、その中で最も代表的なものとしては、鉄駅(四三酸化鉄)とカーボンブラックが挙げられる。

これらの無色類似のうち、カーボンブラックは その製造過程でペンフピレン等の発力ン性物質が 生まし、これも化粧用組改物に用いる場合、安全 物を上の開南が指導されている。

また、カーマンプラックも恩名類科として化粧

用組成物に用いる場合、一数にこれらの銀科と同時に配合される銀の粉体剤をはタルク 等との出版の銀水性・機械を引き起これの分類な性・機械を引き起これの分類を必要の場合には模様を引き起これの分類を配合した化粧用延成物は、仲ぴ、並がりが悪化し、使用感がさらつくなどの野害を引き及いがあるした。即はなるのののではあった。

むこで、避殺粒子マグネタイトが独目をれ、化 粧用組成物の安全な取料として検討されている。

証末、起数粒子マグネグイトを混色類料として 用いた化粧用組成動としては以下のものが挙げられる

助う、平均を扱が16~300人であって移イオン界面結旋剤の一倍又は二種以上で表面処理をれた超数位子マグネタイトを化粧用基材に含有をせてなるものである。(特別略 6 1 - 2 8 9 0 1 2 5 公報)。

### (c) 発明が無決しようとする課題

しかしながら、このものは平均能をが10~30人と広い範囲に至っているが、これでは粒極の低めて小をいものから値めて欠をいものまで含まれるでめば、以下に述べる意思がある。

ところが、従来のように、平均核性が10~3 00人と広く、しかちこのものは、平均宏征がこ の風間でもその地位分布は更に大きく広がっており、 従って、 数径 が 5 0 ~ 3 5 9 人以外のものも数十%以上含まれており、上述の数多くの等否を有するのである。

不完的は、上記思想に鑑み、粒度の扱った超微 粒子マグネタイトを分散者とし、対放性が痛めて 良好で抗躁や凝集が色じず、又、超微粒子マグネ タイトが安定で変色異要がなく、しかもクレンタ ンプの形の洗浄性が若もく良好であり、且つ化粧 随組成物のゆびや転がりが良好する上、使用悪が 便れ、異に透明性がよく、化粧ばえがよくなる能 粧用組成物及びその製造方法を提供することを目 的とする。

### (d) 旅路を解決するための手段

本見明者らは、上記即題を辞決すべく観察、検討を望ねた前屋、以下の知見を得た。

関与、可選性第一數据と可提供的二數据を含む 溶核に堪器性水構就を加えて超級粒子マグネタイ トを一帯に形成し、次にこの原数粒子マグネタイ ・ 宏節に不断布脂肪酸均類を添加して超数粒子マ

かないとの知及も都た。

本語明は、上記如見に基づき発収されたもので ある。

即あ、本願語求項1の化粧用級皮物は、化粧用 話材と週間性微化数系原料からなる化粧用級成物において、透明性軟化鉄系原料が超級粒子マグネタイトであり、且つ該超級粒子マグネタイトは粒度 医過か50~350人の超級粒子マグネタイトを95重整%以上含むことを特徴とするものである

水発明に短いられる化粧脂を材とは化粧の目的に使用されるものであれば物に展覚されるものであれば物に展覚されるものであって見色方面ブラウン色の酸料を認知して化粧用組成物として用いるものであれば特に限定されるものではない。

具体的には、例えば以下のものが平げられる。 (イ) アイシャとウ

例えば彼状、クリーム状、神状等のもの(ロ) 野遊

例えば鉄鉄、野牧等のもの

グキタイトを不効和磁切機で被要したのでは 越敬 粒子マグネタイトの 粒度が大きく パラツキ、 この ため、 居 要の化粧用紙 必動が得られないとの 知見 を券生。

又、本発明者らの実験結果によると、上配位度 他国外の危険粒子マグキグイトが?.5 重量分果 譲ぎまれていても化粧用組成物として実用上回廊

## (ハ) マスカラ

弱えば煎炊、クリーム炊、棒炊、ケーキ状 等のもの

#### (ニ) アイタイナー

剪えば散状、存款等のもの

そして、本景明においては、上記化監用基材に 連引性酸化飲品類製が含有されるが、この適同性 酸化鉄系類料が超微粒子マグネタイトであり、且 つ飲超感粒子マグネタイトは独皮処理が50~3 50人の超過粒子マグネタイトを引え、5度量光 以上含むことを特徴とする6のである。

上記超数粒子ャグネタイトの数度範囲が、50人来調では粒子が細か翅ぎて恋性で不安定となり、空気酸化をれて変色を質の無因となり、また、この気をするので粒子が低大化して破壊する破坏に対象性が通くなり、加えて、この微鏡粒子が毛根内に入りことのでクレンジングの酸の抗浄性が着しく過くなり、一方、乾燥が350人と顔えると、粒子が大きすぎて分数性が適くなり、しかも化粧

用血皮物の材びやながりが悪化する上、使用染がさらつくなどの野客を引き起こしがあてあり、更に遺明性が低下する結果、化粧ばえが悪くなりくすんでみえるので望ましくない。

しかしながら、上記無数な子マグキタイトとして、上記拉及範囲のものか100重量がである必要はなく、この範囲外のものか7.5重量が未満含まれても、実用上句等問題がないことも確認された。

ところで、上窓起窓柱子マグキタイトは、その分散性を良好にするために、 予回活性剤で製理されているが、 この外面機性態としては裏面前激性がなく、 安全なものであれば特に限定されるものではないが、 特に食品に添加されたり、 化粧品に添加されるものが乗ら呼ばしい。

もして、化粧用品材(A)と超数粒子マグネタイト(B)の配合割合は、上記(A)が100塩含配に対して上記(B)が0.01~46重量部の範囲とするのが好ましく、上記(B)が0.01重量部未満では所要の色の化粧用組出物が持られないので

あり、一方、40重型扇を超えるとが味がないだけでなく、最近性の点からも不利である。

本見明では、超歌粒子マグネタイトにおいて、 その聴成的田及び所要範囲の含意は、超歌粒子マ グネタイトを興襲し、これを1g体取し、3000 gの稿本に超音載で売分に分散させ、これを定置 歴電子顕微鏡を用い、具つコンピュータでカウン ト、処理して禁出したものである。

本見利の化粧用品の物は、鉄道する製造方法に よって、連載的且つ経路的に製造される。

大に、本類請求項2の化粧用組成物について詳 報に説明する。

本願請求項をの化粧用組成物は、上記化粧用組成物において、その組織粒子マグネタイトに安定剤が含有されてなる点に大きな特徴を有する。

即ち、この化粧用組成物は安定剤を無風する以外は、原収項1の化粧用組成物と同一であり、従って、他の監明は合格する。

上記安定別としては、第一鉄イオンと第二級イオンの中和等階点(pE)で幾イオン化している化

会物であれば有数化合物、無機化合物のいずれでもよく、特に設定されるものではない。 そして、この安定制は、負に必要している超級数子マグネタイトの表別に非電気的に結合し、超級粒子マグネタイトを安定化をせるものである。

本語明の化粧用板成物は、検達する製造方法に よって、避聴的且つ経済的に製造される。

次に、本題認求項3の発明、つまり上記請求項 1 の化粧規組成物の製造方法について詳細に及明 する。

木菊朋においては、可都也あ一鉄塩と可溶性類

二鉄道を含む水節級に遊び性水筋銀を加えて酸性 環域で早均監防が S 9 G A 以下の透明で増性の水 和歴化鉄のゲルを誘弦する工程(A)、を実施する。

本物明に用いられる可能性那一鉄塩として化、水流いは湿水に可溶を気一鉄塩であれば粉に限定されるものではなく、具体的には、例えば塩化市一鉄、東化布一鉄、 30 東京教育一鉄、硫酸布一族、 30 東の一鉄、 30 東の一鉄、 30 東の一鉄、 30 東京 30 でとこり 4 鉄やが挙げられる。

又、本党的に用いられる可得性第二款型として は、水流いは温水に可留な益二款塩であれば特に 包定されるものではなく、具体的には、例えばフッ 化水二鉄、塩化第二鉄、透湿素酸第二鉄、臭化第 二鉄、油酸第二級、硝酸多二酸、ティシアン酸第 二鉄、シェク酸第二数、硫酸フンモニウム第二数、 血酸カリウム然二数等が挙げられる。

もして、上記可能性外一数為水的故と可能性的二数均水的故の過度としては共に、0、1~5 40 4/1の範囲とするのが好ましい。この過度が、5 eod/12 2 超えると、濁りが生じた予報いは粒度分

取が放大する恐れがあるから好ましくなく、一方 O、 l mo€/ l未満では、後度が渡くなり過ぎて気 産性に欠け、値めて不経済であるから終ましくない。

又、上記可給性為一鉄塩(a)と可容性供二鉄塩(b)のモル比としては特に限定されないが、 無色製料として用いる場合、(a)か 1 に対し(b)が 0。7~1.3の範囲とするのが好ましく、この範囲以外では、安定な超数粒子マグネタイトが得られないだけでなく、熱和磁化や果色の配合が低いなどの理由より望ましくない。

文、上記監察性本物数としては、例えば水酸化サトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物の水物数、尿酸ナトリウム、灰酸カリウム等の痰酸溶液溶液、痰酸水薬ナトリウム、 炭酸水素 アンモニウム 等の 疾酸水素 とこう ム 等の 疾酸 水素 起の水を抜、アンモニア水等が挙げられる。

又、上記塩器性水管液の放皮としては、 0 。 5 ~ 5 mot/ tk するのが好ましく、 5 mot/ te 思えると通过が高路をてpiの開発が困難になり、一方、

O. 5 pot/(未満になると逆に譲渡が薄くなり過ぎて独立が多くなり、このため、反応装置が大野化したり、取り扱い性が悪くなるから好ましくない。

上記の可称性部一鉄塩と可称性第二鉄塩を含む水部級に塩器性水路級を加えてこれらを反応をせて水和酸化鉄のダルを餌製やもだわたり、酸性低級、適常和1~4。5の範囲で行うのが好ましく、アルカリ性領域にすると一挙に高数粒子マグネタイトが生成し、禁工程の熟成によっても致皮を収えることが固難となり、分散性及び角質の安定性等の政疾より、覚ましくないのである。

ところで、piiが 1 未調ではpilが高くなり 息ぎて 水和酸 化飲のゾルを 窓会に 得難い場合が 有り、 一 ガpBが 4 . 5 を 届えると一 等に 磁 散 弦子 マグルク 4 ト が 生成し、 後 工程の 熟慮によって 6 粒 度を 扱 えることが 困難 となり、 分数 性 及 び 品 質 の 安 定 性 等の 観 点 より、 選 ま しく ない 場合 が 有るの で、 選 ま、piiが 1 ~ 4 . 5 の 最 性 領域で 反応 き せ るの が 関 ま し い

本我明においては、上配工程(A)で得られた水 和散化鉄のブルを窓道以上で熟成安定化する工程(B)、を実施する。

そして、この工程(B)で称られた水和酸化鉄の ゲルの粒子性や形状がそのまま糖類粒子マグネタ イトの大きをや形状となり、従って、この工程(A)で超微粒子を再製するにあたり、熟成温度や熟 成時間が重要となる。

この熟成温度としては紫温以上であれば良いが、 具体的には、温度20~450での転頭が好まし く。この温度が20で未満では熟成時間が長くなっ で最適性に欠けたり、 熟成が不光分となって超速 を狙えることができないのであり、 又、 450で を短えると変置が複雑になるので好ましくない。

この場合、熱皮温度が100℃を超えるととにはオートクレーブを用いれば良いのである。

又、数成時間としては温速によっても異なるが、 生態を、超高鉄等の観点から1~24時間の範囲 となるように興益するのが好ましい。

このように扱成することにより、 包皮範囲が 5

0~350点の水和酸化鉄のソルか95度量%以上の割合で製られるのである。

本発明においては、上配工程(B)で得られた分 依款に一次表面透性耐を調えて水和硬化鉄のゲル を敬葉させる工程(C)、を実施する。

カセイン思いはそのアルカリ金属塩、アミノ酸塩いはその共事件、アミノカルボン酸吸いはそのアルカリ金属塩、ヒドロキシカルボン酸或いはそのアルカリ金属塩、更に、下記一般式

(服し、分子盤5000~600万)

で示されるスルホン化ポリスチレン、クオクテルスルポコハク酸ナトリウム、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等の雰囲活性が挙が挙げられ、これらのうち等に高級不飽和盈跡像又はそのアルカリ企脈が、シオクテルスルホコハク酸ナトリウム、ポリオキシエテレンオレイルニーケル等のオリオキシアルキレンオレイルエーテルを届いるのが好ましい。

この工程(C)において、一次界面循性対水溶液の過度や添加量は、用いる一次非価値性利の循環

MEK、路段エチル、テトタヒドロフラン、エチルエーテル、リグロイン、2mピロサドン、アルキルナフタリン、ターピン幼、姫筋像、植物独脂なが挙げられる。

又、この工程(D)において、有機器のダルを及 P、製塩する方法としては、特殊な技術を要する 6のではなく、水虫いは幾水を用いて次律、分類 除去を乗り返せばよいのである。

本発明においては、上配工程(D)でおられた常観を分談し、その有機履を禁取し、これに水を加えて起放50℃以上で加熱、競弁しつつ製基性水路放を加えてpN9以上にすることにより超級或子マグネタイトとする工程(E)、を実施する。

ここで思いられる異面な水線線としては、上述 のものと関係のものが挙げられる。

そして、この選集性水滸原を加えてp119以上にすることにより起数粒子マグネタイトを生成するのである。この単数粒子マグネタイトの粒法は50~350人の範囲のものを95度量光以上含み、粒度が低めて扱っており、対象性が良好で、しか

によって異なるので適宜決定をれる。

上記一次界面括性剤の水溶製の機関としては、 9.05~1 mol/lの範囲とするのが望ましく、 この限度が、 9.65 mol/l未満では底皮が深く なりすぎて風感性に欠けるのであり、一方、 1 mo l/lを超えると濃度が高くなり過ぎて過剰の一次 非面括性剤を拠える恐れがあり、その取り扱いに 相当の注意を要するので辞ましくない。

又、上記一次界限話性剤の水路被を加えて水和 酸化鉄のダルを凝集をせるにあたり、その温度は 窓辺~250℃の機能とするのが望ましい。

本処明においては、上配工程(C)で初られた水 和酸化鉄のゾルを破集をせた密想に有機分散収を 加えて当該ゾルを有機層に移行、分散をせ、これ を水洗、弧揚する工程(D)、を実施する。

ここで用いられる有機分散媒としては水に不設性のものであれば器に限定されるものではなく、 具体的には、例えばaーヘキャン、aードデカン、 トルエン、ペンタエリスリットカプロン酸エステ ル袋のモンダードエステル、ケモシン、キシレン、

も化粧品の銀料として構めて品質の遅れた組象は 子マグネクイトが持られるのである。

本処別においては、上記工程(E)で得られた他 故を本洗し、水頂を除去後、新にに水を加える工 程(F)、を実施する。

この工程(F)での水路には苛致な技術や装置を 要するものではなく、上記工程(D)と同様に行え ば良いのである。

本税明においては、上記工程(F)で称られた遊浪に二次界面結役的も加えて風景数テックラクイトを水層に移行、分数させた後、芍物分散棋を除去する工程(G)、も実施する。

ここで用いられる二次界面語性角としては、除 イオン 界面語性制設いは非イオン 界面語性剤であ れば若に規定されるものではない。

主記数イオン製面器整剤としては、特に限定を れるものではなく、具体的には、たとえば脂肪酸 石鹼、アルキルサルフェート又はアルキルエーテ ルサルフュートのアルカリ金の塩濃いはニタノー ルマミン塩、アルキルベンセンスルホン吸吸いは

# 特別平2-207014(ア)

そのアルカリ金属塩、シアルモルスルカコハク酸酸いはそのアルカリ金属塩、アルキルアルコレネート、ポリカルボン酸塩いはそのアルカリ金属脂学が挙げられる。

上記申イオン界面質性剤としては、特に限定されるものではなく、ニーサル型、アルキルフェノール型、エスサル型、ソルビタンエステルエーテル型、オキシニチレンプロックボリマー、オキシブロビレンプロックボリマー、ズリグリモリン酸
取像エステルなが挙げられる。

この工程(G)では、所望により水流をれるが、この水化は上記工程(D)と四番に行えばよいのである。

又、有機分散戦を除去する方法としては、 存機 海の分貌や蒸留等の力法を採用すればよいのである。

これによって、水晶分数性角数粒子マグキタイトが得られるが、この場合、分数数である水を鍵 程期質することによって所望の過度に換給しても 良いのである。

越黎な子マグネダイトと化粧浴菇材が均一に復合され、しから化粧用器材が熱劣化しないように、 これらの番材の性格によって産直決定される最級 温度もいう。

上述の方法で得られた本品分散性超微粒子ャグ キタイトは扱連の化粧用基材によく分散すること が深められた。

せして、この水易分数性危勢粒子マグネタイト は、単数で化粧用基材中に添入される。

キして、化型用基料(A)と取扱粒子マグネタイト(B)の配合所合は、上配(A)が100退益部に対して上配(B)が0.01~40度量部の軌間とするのが許さしく、上配(B)が、0.01塩塩酸未満では疾災の色の化粧尿組成物が得られないのであり、一方、40重量部を想えると意味がないでけてなく、経済性の尽からも不利である。

かくして不顧請求項目の化粧用程或能が、連続 的且つ経済的に得られるのである。

大に、本駅前次項4の化粧月組成物の製造力法 について詳細に製明する。 上記工程(A)~(G)を経て水品分依色創散位子マグキタイトが得られるのであり、かくして得られた対数位子マグネタイトは、粒径が強い、分散性が良好であり、その製造に被遏が不要で完成性が良好であり、しかも、中性で品質の長期安定性が確認される上、化粧用組成物の競技として最速である。

本勢明においては、最後,に、上記工程 ( G ) で移られた水品分散性血散粒子マグネタイトを化粧用 番材に蒸加して混合する工程 ( H ) 、を実施する。

又、この工程(H)に用いられる化粧用基材とは 化粧の目的に使用されるものであれば特に限定されるものではなく、具体的には、上述のものが挙 けられる。

上記水易分飲性類数粒子マグネタイトを化粧剤 番材に添加して混合するには、この蒸気粒子マダ ネタイトと上配化粧用器材をニーダー、高速進合 機、ダールミル等の操作変型内に扱入し、これを 所質の温度で均一に競挙、混合して称られる。

この場合において清望の直皮とは、水名分放性

明も、この化粧用組成物の製造力液は、可提性 第一級組と可提性第二級組を含む水溶液に塞苦性 水粉飲を加えて酸性関級で平均粒器が300人以 下の透明で凝性の水和酸化鉄のゾルを調整する工程(A)。

上記工程(A)で得られた水和酸化鉄のダルを室 超以上で熟皮安定化する工程(B)。

上記工程(B)で移られた分飲旅に資定期を加えた後、一次事業活性期を加えて水和酸化飲のゲルを受益をせる工程(C)、

上記工程(C)で得られた水和酸化飲のゾルを接 最をせた脊根に有限分散器を加えて高減ゾルを有 機屑に移行、分散をせ、これを水陰、阻塩する工 程(D)、

上配工程(D)で得られた評談を分配し、その有限器を採取し、これに水を加えて遊炊5 9 で以上で加熱、提終しつつ協善性水溶液を加えてpH 9 以上にすることにより必数粒子マグネタイトを全成する工程(E)

上記工程(E)で得られた追放を水流し、水道を

散虫は、新たに水を出たる工程(F)。

上記工程(F)で得られた路線に二次界面恐性別 も加えて建価位子マグネクイトを水層に移行、分 数させた後、有限分数係を除去する工程(G)、

上記工程(G)で移られた水易分散性組織粒子マ アネタイトを化粧用基材に添加して混合する工程 (M)、

上ちなるものである。

この化粧用組成物の製造方法は、水販開末項3の化粧用組成物の製造方法において、その工程(C)において発面低性別を加える物に、予め安定期を加えた点に特徴を有し、従って、工程(A)及び工程(B)更に工程(D~H)は水駅間末項3と同様であるので重複を避けるため説明を省略する。

上配安定別としては、外一鉄イオンを第二鉄イオンの中部等電点(pli)で降イオン化している化合物であれば有機化合物、無機化合物のいずれでもよく、特に限定されるものではない。

さして、この安定用は、負に骨化している想象 担子マグネタイトの表面に安定剤が単複気的に結

本意明の化粧用組成物において、超数粒子マグネタイトに安定所を含有をせることにより、上述の作用に加えて更に長期安定性が良好になるのである。

本党明の化粧尼越越知の製造力提において、水 和酸化鉄ブルの分数線に一次界面的性別を加えて 合し、放出版位子マグキタイトを安定化するので

上記安定剤としては、上述のものが挙げられる。 かくして、本顧関係項目の化粧用組成物の各種 特性に加えて更に安定性の優れた化粧用組成物。 つより本額納来項2の化粧用組成物が得られるの である。

をして、このようにして持られた批濫用組成物 は従来の役板品と全く阿閦に使用できるのである。 (\*) 短周

本発明の化粧用組成物は、上記構成を有し、その類群として超額位子ャグネグイトを聞い、且つ該思数位子ャグネグイトは位皮能調か50~350人のものも92.5 重量が以上含んでいるので、安定で変色や実質がなく、また、分数性が良好であり、加えて、クレンジングの無の設準性が著しく良好であり、しかも化粧用組成物の数りや神び、更に放かうが良好である上、使用場が良好であり、更に透明性が良好で化粧はよが良いなどの作用を有するのである。

このダルを吸述させるにみたり、この界面活色別を加える前に、子の、安定剤を加えることにより、上述の作用に加えて更に後期安定性が良好になるのである。

#### (1) 策器例

以下、本務明を実施舒により更に詳細に説明するが、本発明はこれに数定されるものではない。
(1)化粧用剤料、つまり水品分数性無限粒子マグ
シクイトの製物

#### 型溢例 1

遊散第一数1.2 mot/(水溶放1 th ) 過数第二数1.8 mot/(水溶放1 th ) 混合操作し、二の設備を30でに係らながら、この混合溶液に2.5 mot/(の反限ナトリウムをpk2.8 になるまで複下することにより平均粒能が38 G A 以下の透明で発性の水彩機化鉄ゲルを調製する(工程A).

このソルも30℃で3時期期級安定化した鉄(工程B)、この分散技に、C.25mot/fのオレイン 設ソーダ(一次外面話性別)5 C 9 mfを加えてこの 水和酸化数オルガノゾルを破壊をせ(工程C)、次 いで、これにn-ヘキサン(有機分散媒)300et を加え、有機層に水和酸化鉄オルガノダルを移行。 分散させ、これも水流、風塩する(工程D)。

その後、この将根を分散し、その右機関を構取し、これに終たに水200elを加え機能器を付けた21のフラスコ中に移し、温度75℃で加熱機界しながら20重散浴水酸化ナトリウム級400elを徐々に加えて同10、5とすることにより超数分マグネタイトを生成をせる(工程を)。

この化粧用黒色銀料の収率は超機粒子マグネタ

イト換算で97.5 弦鼓器であった。

この思数粒子マグネタイトの数度機器は50~350人のものを97.5匹置が含み、粒径が振っており、しかも水への分散性が気好であることが 扱められた。

# 9. 连约2

突進例」において、工程(A~E)で得られた評 在の水原を除去額、洗浄し、水類を除去後、新し く水 3 0 0 mlを加え(工程F)、次いで、超額 位子 マグネタイ)を水類に分散、移行させるために二 次界顕活性制であるを甲シルペンギンスルホン酸 ナトリウム 3 0 重量が扱 5 0 ml を漫井しながら加 えた、超数粒子マグネタイトが水源に移行し終え たならば6 ー へをサン暦を飲 安し、水原を延圧下 で提絡し、退収 6 0 でで良空乾燥して、化理用点 色料である水晶分散性原発位子マグネタイトを 物に(工程G)。

この化粧指悉色放料の収率は超級粒子マグネタイト接載で9~5.5 重数第であった。

この祖教牧子セグネタイトの位置範囲は50~

350人のものも97.5重量労会み、超極が扱っており、しかも水への分散性が良好であることが 扱わられた。

#### 製造例3

このゾルを登場で24時間熟成安定化した娘(工程B)、この分散級に、6.2 B wol/(のリシノール銀ナトリウム(一次界面括性別1550 mlを加えてこの水和級化鉄さルガノゾルを収集させ(工地で)、大いで、これにトルエン(有機分散場)3.0 B mlを別え、存機層に水相級化鉄オルガノゾルと移行、分散をせ、これを水伐、配温する(工程D).

その後、この特徴を分譲し、その有機風を採取 し、これに新たに水260mlを加え吸輸器を付け た 2 2のフラスコ中に移し、温皮 9 8 ℃で 知熱権 特しながら 2 9 監督 第の水酸 化サト 9 ウム水 都根 4 0 g a 2 2 公 公 で 同え、 路 数 柱 子 マグネ タイト を 生成をせた (工 幣 E)。

この密数に、新しく3 0 G m 2の水を開え、これに二次界面沿性別であるジェクチルスルホコへク数ナシッツムを選牲しながら3 0 重量が影像で3 5 m 2を数々に添演し、超環粒子マグネクイトを水路に移作、分飲をせた後、m 一へキャンを分級級 立し、水層を延圧波動し、型に減度 6 5 でで真空乾燥して、化粧用馬色朝鮮である水易分散性超散粒子マグネクイトを得る。

この化粧用黑色銀料の根準は超微粒子マグネタイト換算で97.0 吸蓋外であった。

この思数粒子マグネタイトの放放範囲は50~ 350人のものも98.2項型第含み、粒色が扱っており、しかも水への分散性が立好であることが 詰められた。

### 製造鋼子

就粉的一数 1 、 2 us 4/ ( 木港放 1 4 と破股 第二

数1. 0 mof/8 本籍改18を混合機等し、この改造を2.5 でに保ちながら、この混合値線に2.5 mof/fの反射ナと9ウムをpB3.0になるまで掲下することにより平均担任が3.0 BA以下の透用で暗性の水形徴化数グルを調験する(工程A)。

この ゾルを 3 0 ℃で 3 時間熟成安定化した後(工程 B)、 この対象根に、 0・2 5 mol/(のオレイン酸ソーダ(一次界間結性剤) 5 0 0 mlを加えてこの水和酸化飲オルガノゾルを破集を せ(工程 C)、 次いで、 これに n ー ヘキャン (有機分散性) 3 0 0 ml を加え、 有機層に水和酸化飲オルガノゾルを移行、分散を せ、これを水洗、 製塩する (工程 D)。

その後、この辞扱を分数し、その存機期を採取し、これに新たに水200mlを加え機構数を付けた3(のフラスコ中に移し、温度で5℃で加熱機体しながら20無量%の水酸化ナトリウム依350mlを放べに加えてpll11.0とすることにより起数粒子マグネタイトを生成をせる(工程を)。

この資額に、新たに398mfの水を加え、これ にシオクチルスルホロハク豊ナトリウムを二次界

後、0.25 mot オレイン酸ソーグ(型面語性類)
5 9 m m d e 細えて水和酸化飲まルダノゾルとした
後、更に20 塩量%の水酸化ナトリウム水溶液を
加えて(減度 8 0 ~ 9 0 でで加級機特し、pill 1.5) 塩低粒子マグキタイトを生成させた後、水磨
を除出、洗剂使新たに水300mlを加え、水磨に
分散移行をせるために二次厚面管性肥としてラフリル線ナトリウム30 度量%減30mlを提押しな
がら知太に、腐体粒子マグキタイトが水型に移行、
分散し許えたならばmーへキャン第を除去し、水
路を延延下で温配し、腐灰65℃で直空乾燥して、
化粧用皿色刷料である水品分散を超微粒子マグネ

この化粧用品色風料の収率は超額粒子マグネタイト設算で37.2 重量男であった。

この超微粒子マグネタイトの粒皮、脂肪ももへ 359人のものも97.5塩量労会み、粒種があっ ており、しかも水への分散性が良好であることが 扱められた。 商品性別として機許しながち30重色光度級35 a2を終々に節回し、超散粒子マグネクイトを水頂 に存行、分飲をせた後、a-ヘキサンを分放飲去 し、水層を減圧後越し、温度65で真空乾燥して、 化粧润異色顔料である水易分散性用数粒子マグネ タイトを終た。

この化粧尼黒色製料の破平は遠級粒子マグネクイト模算で97、C 製量光であった。

この類似位子マグネクイトの核改範囲は50~350人のものを98,2重量光含み、粒径が振っており、しかも次への分散性が良好であることが 怒められた。

#### **罗**森州 5

疏酸的一致 1. 2 mol/1 水溶線 1 lと配散的二 致 1. 0 mol/1 水溶線 1 lを混合統件し、この低 温 e 4 0 でに係らながら、この統合路線に2. 5 mol/1の水銀化ナトリウムをph2. 3 になるまで 断下することにより平均粒程が3 6 0 人以下の透 明で積性の酸化飲水和ゲルを簡製する。

このゾルを温炭70℃で1時間熱皮安定化した

質验例 6

磁散的一致アンモニウム(モール協)(FeSO。(NH。)。SO。、6H。O)1、3mol/i水溶放りまと 磁散的二級アンモニウム(数imウバン)(FeNH)。(SO。)2、1をH。O)2、Geod/f水溶液1fを 用いた以外は、気能例1と同様にして、化粧用品 色材料である水易分数性起換粒子マグネクイトを 移た。

この化粧均無色原料の収率は超級粒子マグネクイト換算で97.5 強度%であった。

この組数粒子マグネタイトの息式範囲は50~350人のものも97.8 南京が含み、粒径が扱っており、しかも水への分散性が良好であることが 歴わられた。

#### 整数积 7

実施例1で類似したnーへキャン思数粒子マグキタイト型(工程A~E)に、親たに木300elを超え、温度50でで10%過酸化木集水溶液を活动しなから成板粒子マグネタイトを依々に放化すると同時にボリオキシエチレンオレイルエーテル3

2 z f 別え、 化挺用プラウン色照料である水易分 敵性 題数 数 子マグキタイトを得た。

この化粧用ブラウン色類料の表準は超額粒子マ アネクイト提昇で97.9 無量発であった。

又、この意象粒子マグネタイトの粒皮範囲は 5 0 ~ 3 5 0 人のものも 9 7 . 8 重量が含み、粒型 が描っており、しかも水への分散性が良好である ことが認められた。

#### 复查例 8

安地例1における工程とにおいて、一次界面器性が(オレイン酸ナトリフェ)を加える際に、安定財としての。2004/4塩化アルミニフム水溶板500m4を添えて水和酸化核ゾルの表質にアルミニフムイオン電質を付与した以外は実際例1と同性にて、化粧用品色銀料である水各分核性路熱セーマグネタイトを優た。

この化粧別用店園料の駅単は超類粒子マグネタイト検算で9~、5 医魚%であった。

この風歌雑子マグネタイトの粒皮塩園は50~ . 358人のものも98.6気量が含み、粒径が揃っ ており、しかも本への分散性が良好であることが 認められた。

#### 銀旗 例 9

史 断例 2 における工程ではおいて、一次界面数性別(オレイン酸ナト 5 ワム)を加える数に、安定剤として0.2 mo 8 M を 塩化アルミニウム水溶液 5 0 0 m を 割えて水和酸化鉄ブルの設面にアルミニウムイギン 電荷を付与しな以外は実施剤をと関係にして、化粧剤組合原料である水具分散性電散粒子マグネタイ)を得た。

この化粧用品色照料の収率は超微粒子マグネタイト施算で9~3.8型量%であった。

又、この超数粒子マグネグイトの粒底処理は50~350人のものを98、0 盘量努含み、粒器が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが飲められた。

#### 製造例1 9

実施例3における工程でにおいて、一次界面話 色列(リシノール限ナトリウム)を組える前に、安 定剤として 0、 2 mod/e 塩化アルミニウム水谱

扱うのCult 加えて水和酸化低ダルの表面にアルミニウムイオン電荷を付与した以外は実施例3と 同様にして、化粧用無色類料である水あ分散性群 数数子マグネタイとを終た。

この化粧用品色顔料の原準は超微粒子マグネクイト治体で97.8 医最影であった。

又、この思奈粒子ャグネタイトの程度風阻は50~350人のものも37.0 農業労会み、粒値が扱っており、しかもホへの分散性が良好であることがなめられた。

#### 製造師11

安然例4における工程でにおいて、一次界面的 性剤(オレイン酸ナトリウム)を加える時に、安定 削として0.2 40 8/8 22 化アルミニウム水溶液5 0 8 ofを加えて水和酸化数メルの表面にアルミニ ウムイマン建却を付与した以外は突延例4 と同様 にして、化粧角黒色酸料である水あ分数性粗糠粒 子マグルダイミ七番た。

この化粧用品色類科の収率は感象粒子マグネクイン換点で97.8 風度浴であった。

及、この超級就子マグキタイトの放成範囲は50~350人のものも98.3重異劣さみ、粒径が振っており、しかも水への分散性が良好であることが思められた。

#### **好** 20 8 1 2

実施的のにおける工程でにおいて、一次界倒存 能別(オレイン使ナトリウム)を加える時に、安定 間としての、2 mod/ A塩化アルミニウム水溶線 5 でのofを加えて水和酸化鉄ソルの表面にアルミニ ウムイオン理習を付与したほ外は実施例のと同様 にして、化粧用層色単純である水象分数性超数粒 チャクネタイトを得た。

この化粧厄点色図料の取率は角板粒子マグネグイト機器で9~8 銀盤器であった。

又、この函数柱子ャグネクイトの技座範囲は5 り~850人のものを98、3望良労言み、監理 が譲っており、しかも水への分散性が長野である ことが認められた。

<u>比較同用類数粒子ャグネタイトの製造剤に</u>

1 wol/ Link 坊一鉄と 1 wol/ Link 依二鉄の水

文形株で技术層を取出、な符後報とに水300 atを展え、水間に分位移行をせるために二大指性 器としてラフリル酸ナトリウム30取至外線30 atを提押しながら割えた。感数粒子マグキタイト が水層に移行し終えたならばnーへキサン解を除 出し、水間を減圧下で調整し、湿度65℃で興空 乾燥して、化粧用期色照料である比較例用水分依 性組数粒子マグキタイトを得た。

この 超級 粒子マグネタイトは 粒径が 1 0 人程度のものから 5 0 0 人を超えるものまであり、又、 超異物もあり、しかも 数係に大きなバラツキがあ

この侵度で30分限長神・熟成した。この後、S 1の分級コートに移し、耐湿した。この上層の原 後也子マグネタイトコロイドが分散したトルエン 勝を提取した。

このトルエン増を、共び5gのフラスコに移し、 共沸脱水を行った。

皮比米了技水程を除去、洗浄技術しく水300 ale 加え、水用に分散移行させるために二次活性 別としてラウリル酸ナトリウム30%酸30 me t 規律しなから 励えた。マグネタイトが水層に移行し終えたならば a ー へ f サン暦を築まし、水槽を拡圧下で協館し、造皮60でで真空乾燥して混色の水分数性超級粒子マグネタイトを設た。

この無数位子マグネタイトは投係が10人能放のものから500人を耐えるものまであり、又、被果物もあり、しから枚種に大きなパラツキがあることが認められた。

このものは位皮範囲か 5 C ~ 3 5 0 人のものを 6 2 . 3 息量%まんでいた。

(2)化粧用線皮製の製造(実施到1~14)

ることが魅められた。

このものは鬼攻勢風かちり~350人のものも 70.3重直労者んでいた。

## 出版例用品換款子マグネタイトの製取別と

5 2のフラスコに、水ものg、トルニン1600 g、水酸化ナトリウム14.0g(0.349 mol)を販次加え、これを無符しながらオレイン酸9 8 g(0.349 mol)を膨加し、収益を?5~80でに保みながら30分間既幹するとオレイン酸ナトリウムを含むエマルションとなった。次に、根温を35でに下げ、28%アンモニナ水534.3 g(8.8 mol)を加えて機特配合し、均一なエマルリョンを得た。

一方、子の磁散器一致?水塩278g(1 mot)、 磁散型二数6水塩508g(1 mot)、水5125g の混合水路線を上配のエマルション中に関下し、 超微粒子マグネタイトコロイドの生成及び環 変を 種を行った。この数塩水溶液の属下には2.5等 間を要した。調下針了時点で反応数は、配色の分 飲欲となったため、鉄温を75~80℃に上昇し、

実施例中、億又は%とは億て重量郡又は重量% を意味する。

#### 躯 随 1 ~ 1 1

製造例 1 ~ 6 及び製造例 8 ~ ) 2 で得られた歴 色放料をそれぞれ用い、公知の方法により、下記 配合物からなる化粧用退収物を得た(四盤)。

*	æ	t	ゥ	, «	7	R									8	*
98	8	7												1	\$	*
₹	2	ø	4												8	%
*	4	1	0	2	ŋ	z	9	Ų	×	7	7	1	z	1	0	%
t	r	ı	'n											. 1	0	%
7	÷	9	>												?	%
*	2	7	Ŧ	>											7	%
7	,	ŋ	'n												5	%
ı	X.	<del>7</del>	R												4	%
訊	Œ.	蹇	霰	橙	ļ	7	1	ł	7	4	ì			\$	9	%

### **亥越例12**·

設定例でであられたプラウン色顔料を用い、公 切の方法により、下記配合物からなる化粧用組成 物を修た(思型アイシャドウ)。

797	ンの意味	数子マグネタイ	f F 1	5 %
14 - R	SQ.		2	5 %
ステア	リン機里	<b>f</b>		8 %
** **	×		i	0 %
9 24 2			2	1 %
2 X 7	iL		<b>S</b> .	5 %
9/9	ン誘導体		\$.	5 %
. 数 55			ů.	s %

# 突絡們 1 3

製造例で作られたブラウン色の超数粒子マグ ネタイトを用い、以下に述べる方法により下記配合物から成る化粧局租底物(ケーキ状マスカラ)を 移た。

}	ij	T	9	1	-	n	7	ŧ	×						5	4	٠	Û	%	
	X	7	7	V	-	1.														
i	7	45	ゥ													6		2	%	
7	Ņ	t	4	-	r	•	€	1	*	Ŧ	Ì	ν	~	F		G	,	2	%	
n	ĸ	Ŧ	7	٠٢	7	17									1	8		0	Ж	
7	,	9	×													7		6	Ж	
7	9	7	ッ	Œ	超	徽	粒	7	v	7	4	7	4	ŀ		3		0	%	

13と同様にして、化粧形組成物(ケーを状マスカラ)を特に。

上記者寅応利及び各比奴族について、以下に逃べる方法で安定性について調査した。

安定性-- 温度 5 0 でで1 ヶ月 放置後の短和磁化の減少と、温度 6 0 でで放置した場合の色の変化の両方で判断した。

その結果を外1 表及が以下に示す (以下命亡) 沈朝バラフィン

5.0%

歯離及びロウを混合し避かし、これに飼料を加 えローターミルを過す。

及後に移動境枠しながら型に在入することにより本務明の化粧周期成物を得た。

## 災 筋 例 1 4

実施例1の思盤において、製造例1の思色意識 粒子マグネタイトに代えて製造例でで得られたプラウン色器模粒子マグネタイトを思い、公知の方 次により、ブラウン色の君盛(化粧用類皮物)を得

#### 此 数 例 1

比較利用的機能子マグネタイトの製造例 I で将 られた悪色を発む子マグネタイトを用い、実施の ! 3と同様にして、化粧用組成物 (ケーキ数マス カラ)を得た。

#### 比较假2

比較例用地数位子マグネタイトの製造例でで得 られた風色超数位子マグネタイトを用い、実施資

第1表

	炮和磁化	(क	(£ G)	色和磁化(1 ヶ月核G)
突路倒1	3	8 9		330
实施例 2	3	20		270
契為例3	- 5	6 0		319
<b>炙疮侧</b> 4	. 3	29		685
実施例5	ŝ	2 0		270
異雄倒 8	3	8 0		3 4 9
实验例?	2	2 0		2 2 Ú
與贍例8	3	2 9		320
灭迹例 5	3	2 0		3 2 0
医麻痹10	3	5 0		950
実定例19	] з	5 0		350
運旗例12	3	20		3 2 0
<b>选频例</b> 】	1	4 5		1 G C
比较到2	2	8 0		210

分飲性… 0. 1 ce-1. 0 u sのノンブランフィルター を用いて製造改装及び製造装置設備です 月数の分散性を調べるため禁圧下 2 0 se H gで設 過テストを実施した。

建造に用いたは料はマグネタイト量として 2 G 生気光力 数数に関鍵したもの。

その結果と第2長に示す。

(白州平以)

662 左

	0, 1	8, 2	0.45	0.65	1. 0	B, \$	0. 2	0.45	0,6\$	1. 0
灾旅到1	0	0				•	0			<u> </u>
災施別2	٥	Φ.				0	•			
突旋例3	•	•				0	0			
炎疏剣 4	0	0	_			0	0		<del></del>	
<b>罗斯奇 \$</b>	9	0				9	0			
災期例6	0	•				0	•			
灾地例?	0	0				0	•			
突巡回 8	0	0				•	•			
艾塩例 9	0	•				0	0			
炙旋倒10	•	G				0	0			
11例起灵	0	Ð				0	•			
实验到12	•	Q.				0	0			
比較到」	×	×	×	Δ	Δ	×	×	×	×	Δ
<b>比较别</b> 2	×	×	×	Δ	Δ.	L×.	<u> </u>	<u>×</u>	×	۵

〇: ノンプランフィルテー上によったく従集動が残らない。

〇:ノンブランフィルター上に復かに改集物がみられる。

A: メンプランフィルター上に明らかに破集物が残っている。

メ ; ノンプランフィルター上一面に張泉物が残っている。

化板用基材に対する分散色について調査した結果、各実態例のものは花花尼葉材との規和性が良好で、現件、混合によって全体に選やかに分散し、しかも分散後、故臣しても分離、最美等の異常は認められなかった。

これに対し、各比較別のものは化粧用差対との 以相性、分飲性が限く、ままこになったり、解析、 破臭質に認識等の異常が認められた。

このように、分飲性に大きな相異がでたのは、 粒子のパラフキによるものと解される。

安定性について、突蓋例1~7のものは45日 目ごろから値かに色変が認められ、又、突適例8 ~12(安定解を配合)のものは60日間変化が認められなかったが、各比数例のものは7日程度で 色変が認められた。

この安定性の差は数極のバラッキの程度に無因 しているものと解される。つまり起子が離か過ぎ ると活発で不安定になり、更気酸化によって変色、 要買しやすくなるものと解される。

新几安定期七周以化在局路应需は長頭安定性に

使れていることが認められる。

又、名笑婚別のものはクレンジングの限の洗浄 性が関しく及好で、化粧用組成物の仰びや底かり 更にのりが良好であり、使用に際して具部感之な く、透明性が良好では無味之かよく歌んで見え のに対し、各比数例のものはタンンジングの 洗浄性が若しく悪く、化粧が高ちないのであり、 また、化粧用組成物の値でながも更にの 男が思 いのであり、使用になしてぎらつを等の 異なが あり、透明性が悪く 化亜映えが悪くくすんで見え ることが収められた。

# (e) 発明の海県

水苑明は、上述のとおりに構成をれているので、 以下に記載されるような効果を費する。

請案項1の化性用組成物においては、上記規定 と称し、その銀料として超級位子マグネクイトを 用い、急つ数点換位子マグネタイトは位度範囲が 5 ひ~3 5 0 人のものを5 2 . 5 重量分以上企ん でいるので、完定で変色や変質がなく、また、分 依性が見好であり、加えて、クレングングの類の

# 特関平2~207014 (15)

機能性が考しく良好で、しから化粧用超成物の神 はや謎がう更に吸りが良好である上、使用感が良 好であり、更に透明性が良好で化粧ばえが良いな との効果を有するのである。

類求取るの化粧用最高等において、超数粒子マグキタイトに安定剤を含有をせることにより、上述の効果に加えて更に真照安定性が良好になるのである。

相求項3の化粧用級なり、大変なり、この間科を見かれたり、この間科を見かれたり、一次の間科を見かれたり、一次の間科を見かれたり、一次の間があるためののでは、一次の間ででは、一次のでは、一次では、一次では、一次では、一次では、一次では、一

しく使れる上、安定で、且つ化粧用肌成形の顔料 として正確使れる効果を有するのである。

関東項4の化粧用組成物の製造方法において、 水和酸化鉄ゲルの分散板に一次等面括性別を加え てこのゲルを凝集をせるにあたり、この界面括性 別を加える的に、予め、安定剤を加えることによ り、上述の効果に加えて更に及頭安定性が良好に なるのである。

> 格許出版人 网络装油株式会社 代表人 升理士 澤 客代油 25%